

REC'D 2 1 NOV 2003

PCT/FR 03/02685

## BREVET D'INVENTION

#### **CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 1 2 SEP. 2003

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS CONFORMÉMENT À LA RÈGLE 17.1.a) OU b) Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

PRIORITY DOCUMENT

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE

SIEGE 26 bls, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS cedex 08 Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04 Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23 www.inpi.fr



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ



## Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

HATIGHAL DE LA PROPRIETE								
is, rue de Saint Pétersb	ourg		requête en délivrance 1/2					
00 Paris Cedex 08 phone : 01 53 04 53 04	Tělécopie : 01 42 94 86 54	Rempli	ir impérativement la 2ème page.					
			Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire 08 540 W /1905					
MISE DESTRICES TO	DESIGN SINPI		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE					
E 69 INPI LY	YON ·	Į.	À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE					
เป	0211370		PECHINEY					
D'ENREGISTREMENT		i	Monsieur Jean-Claude MOUGEOT					
TIONAL ATTRIBUÉ PAR L'I	NPI	Ş	Immeuble "SIS"					
ate de dépôt attribuée Ar l'inpi	1 3 SEP. 2002		217 Cours Lafayette 69451 LYON CEDEX 06					
os références po facultatif) BR 3506			а о					
Confirmation d'un	dépôt par télécopie	] N° attribué par l'Î	NPI à la télécopie					
2 NATURE DE L		Cochez l'une des	4 cases suivantes					
Demande de bi		X						
	ertificat d'utilité							
Demande divisi		<u>.</u>	Date / /					
	Demande de brevet initiale	N°						
ou demar	nde de certificat d'utilité initiale	N <sub>o</sub>	Date					
Transformation	d'une demande de		Deta 1 / /					
brevet europée	n Demande de brevet initiale	Nº ·	Date					
DÉCLARATIO	N DE PRIORITÉ	Pays ou organisat	tion					
	E DU BÉNÉFICE DE	Date	<i></i> N°					
		Pays ou organisat	tion No					
	DÉPÔT D'UNE	Date N°						
DEWANDE A	INTÉRIEURE FRANÇAISE	Pays ou organisat	tion / I N°					
		Date						
		Silyau:	l'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprîmé «Sui					
DEWANDEL		S'il y a d'	'autres demandeurs, cocnez la case et utilisez i imprime (oz.					
Nom ou dênd	omination sociale	MSSA						
Prénoms								
Forme juridio	lue	S.A.S.						
N° SIREN	, <u></u>	<u> </u>						
Code APE-NA	<del>\</del> F	<del>                                      </del>						
Adresse Rue		POMBLIERE						
	Code postal et ville	73600 SA	AINT-MARCEL					
Pays		FRANCE						
Nationalité		Française						
	none (facultatif)							
	pie (facultatif)							
Adressa élec	tronique (facultatif)							





REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE 69 INPI	LYON									
LIEU	0211370									
N° D'ENREGISTREMENT	oa nogo									
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR	L'INPI	DB 540 W /19060								
Vos références p (facultatif)	our ce dossier :	BR 3506 JCM/NC								
MANDATAIR	E									
Nom	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	MOUGEOT								
Prénom		Jean-Claude								
Cabinet ou So	ciété	PECHINEY								
N °de pouvoir de lien contra	permanent et/ou ctuel	PG 9821 - LC004A								
Adresse	Rue	Immeuble "SIS" - 217 Cours Lafayette								
	Code postal et ville	69451 LYON CEDEX 06								
N° de télépho										
N° de télécopi										
	onique (facultatif)									
INVENTEUR (	(S)									
Les inventeurs	sont les demandeurs	Oui  Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée								
RAPPORT DE	RECHERCHE	Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)								
	Établissement immédiat ou établissement différé	X								
Palement éche	elonné de la redevance	Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques  Oui  Non								
9 RÉDUCTION	DU TAUX	Uniquement pour les personnes physiques								
DES REDEVA	NCES	Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)								
		Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):								
	utilisé l'imprimé «Suite», ombre de pages jointes									
PG										
SIGNATURE COUNTY OU DU MAND		VISA DE LA PRÉFECTURE								
	MAINE ité du signataire)	OU DE L'INPI								
Jean-Claude M		F. FAVRE								

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

#### Procédé de fabrication de poudre cristalline d'oxyde de lithium et de vanadium

#### Domaine technique

5

10

15

20

25

30

L'invention concerne un procédé de fabrication d'une poudre cristalline d'oxyde mixte de lithium et vanadium de formule  $\text{Li}_{1+x}V_3O_8$ , x étant compris entre 0 et 0,2. Ce produit est destiné notamment à la fabrication d'électrodes de piles et batteries rechargeables au lithium.

#### Etat de la technique

Les méthodes existantes de synthèse de l'oxyde mixte Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub> ont en commun la réaction d'un composé de vanadium sur un sel de lithium. Elles se distinguent selon qu'elles ont recours ou non à un solvant.

L'usage de l'eau comme solvant, conduisant à la formation d'un gel, est connue par le brevet US5039582 (PISTOIA). Ce gel, obtenu après plus de 24 heures à partir de LiOH et de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, est difficile à filtrer et à sécher. Le brevet US 6177130 (FREY) fait mention d'une solution aqueuse de lithine et d'acide vanadique préparé par passage de métavanadate d'ammonium (MVA) sur une résine. Cette solution est séchée et son résidu redissout dans un solvant organique pour générer un produit pour l'application couche mince de qualité optique. L'usage de solvant organique est mentionné, par exemple dans le brevet US 5549880 (KOKSBANG) ou la demande de brevet WO 01/22507 (3M), mais pose des problèmes d'environnement et de sécurité au stade industriel. Quelque soit le type de solvant, les procédés connus sont discontinus et limités par l'étape de filtration.

Sans solvant, il est possible de travailler sur un mélange de solides. L'obtention du composé final passe par la fusion du mélange, comme décrit dans le brevet US 5013620 (Bridgestone) et dans l'article de A.D. WADSLEY, Acta Cryst. 10(1957)261, ou une conversion légèrement sous le point de fusion comme dans le brevet US 5520903 (CHANG). Ces procédés posent le problème de transport et de broyage d'un matériau en blocs fondus ou frittés.

Le brevet US 6136476 (Hydro-Québec et 3M) décrit le mélange de poudres sèches d'un composé de lithium et d'un composé de vanadium, leur broyage au jet, et le chauffage en dessous de la température de fusion. Le procédé permet une bonne maîtrise de la granulométrie dans toute les étapes de la fabrication, le nombre d'étapes restant assez limité.

ioi aupui

Cependant, la voie solide présente un certain nombre d'inconvénients par rapport à l'utilisation d'un solvant, qui permet un mélange plus intime des réactifs, et donc une réaction plus efficace, ainsi qu'une mise en œuvre plus aisée. Dans le cas de la synthèse d'un matériau cristallisé, la cristallisation après solvatation peut se faire à plus basse température que par voie solide, ce qui est plus commode et plus économique. Enfin, lorsqu'un des réactifs est luimême obtenu en solution, le procédé avec solvant peut permettre de faire l'économie d'un séchage.

L'invention a pour but de fournir un procédé de fabrication d'une poudre cristalline de  $\text{Li}_{1+x}V_3O_8$  quasi-continu, aisément industrialisable avec un nombre limité d'étapes, permettant la maîtrise de la granulométrie à chaque étape, à partir des réactifs métavanadate d'ammonium (MVA) et lithine.

#### Objet de l'invention

5

10

20

30

- L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une poudre cristalline d'oxyde mixte de lithium et vanadium de formule Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, x étant compris entre 0 et 0,2, comportant :
  - la formation d'une suspension aqueuse à partir d'une pâte de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> et de poudre de lithine monohydratée,
  - la déshydratation en continu de cette suspension dans un courant de gaz chaud à une température comprise entre 200 et 600°C pour former une poudre sèche d'un précurseur de granulométrie comprise entre 10 et 100 μm,
    - la calcination de ce précurseur à une température comprise entre380 et 580°C en une poudre cristalline de Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>3.</sub>

## 25 Description de l'invention

Le procédé commence par la mise en mise en suspension aqueuse de MVA pâteux et de poudre de lithine monohydratée dans un rapport de masse permettant l'obtention de la stoechiométrie Li/V désirée pour Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, avec x compris entre 0 et 0.2. Le ratio solide sur masse totale est compris entre 40 et 60%.

L'utilisation d'un solvant permet un mélanges plus intime des réactifs et une mise en œuvre plus aisée que la voie solide. De plus, dans le cas particulier de la synthèse d'un matériau cristallisé monophasé, la voie solvant nécessite des températures de cristallisation plus faibles que la voie solide et donc un coût énergétique plus faible.

Cependant, la voie solide présente un certain nombre d'inconvénients par rapport à l'utilisation d'un solvant, qui permet un mélange plus intime des réactifs, et donc une réaction plus efficace, ainsi qu'une mise en œuvre plus aisée. Dans le cas de la synthèse d'un matériau cristallisé, la cristallisation après solvatation peut se faire à plus basse température que par voie solide, ce qui est plus commode et plus économique. Enfin, lorsqu'un des réactifs est luimême obtenu en solution, le procédé avec solvant peut permettre de faire l'économie d'un séchage.

L'invention a pour but de fournir un procédé de fabrication d'une poudre cristalline de  $\text{Li}_{1+x}V_3O_8$  quasi-continu, aisément industrialisable avec un nombre limité d'étapes, permettant la maîtrise de la granulométrie à chaque étape, à partir des réactifs métavanadate d'ammonium (MVA) et lithine.

#### Objet de l'invention

5

10

20

25

:0

- L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une poudre cristalline d'oxyde mixte de lithium et vanadium de formule Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, x étant compris entre 0 et 0,2, comportant :
  - la formation d'une suspension aqueuse à partir d'une pâte de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> et de poudre, de lithine monohydratée,
  - la déshydratation en continu de cette suspension dans un courant de gaz chaud à une température comprise entre 200 et 600°C pour former une poudre sèche d'un précurseur de granulométrie comprise entre 10 et 100 μm,
  - la calcination de ce précurseur à une température comprise entre 380 et 580°C en une poudre cristalline de  $\text{Li}_{1+x}V_3O_8$ .

#### Description de l'invention

Le procédé commence par la mise en mise en suspension aqueuse de MVA pâteux et de poudre de lithine monohydratée dans un rapport de masse permettant l'obtention de la stoechiométrie Li/V désirée pour Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, avec x compris entre 0 et 0.2. Le ratio solide sur masse totale est compris entre 40 et 60%.

L'utilisation d'un solvant permet un mélanges plus intime des réactifs et une mise en œuvre plus aisée que la voie solide. De plus, dans le cas particulier de la synthèse d'un matériau cristallisé monophasé, la voie solvant nécessite des températures de cristallisation plus faibles que la voie solide et donc un coût énergétique plus faible.

Le recours à un solvant aqueux présente un avantage technico-économique par rapport au procédé décrit dans le brevet US 6136476. En effet, le déroulement de la synthèse minérale du MVA impose son obtention à l'état humide avant sa calcination ou son séchage. Qu'il s'agisse de l'emploi d'un MVA ultra pur, ou d'un MVA, produit intermédiaire du V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dans le cycle minier d'extraction hydrométallurgique du vanadium, l'étape de séchage n'est pas utile, et le MVA humide, pâteux ou en suspension, peut être directement injecté dans le procédé. Par ailleurs, le recyclage de l'effluent ammoniac peut être intéressant, d'un point de vue économique et environnemental, dans le cadre d'une intégration à l'hydrométallurgie du vanadium consommatrice de ce gaz.

La suspension ainsi obtenue est maintenue agitée dans une atmosphère neutre, par exemple d'azote, entre ½ et 24 h, et entre 20 et 90°C, jusqu'à son introduction dans un pulvérisateur à jet de gaz chaud, par exemple un appareil RINAJET de la société RIERA NADEU S.A.. Les forts débits turbulents de gaz chauds (250-600°C) de cet appareil permettent une déshydratation instantanée du produit solide et l'obtention d'un précurseur du produit final sous la forme d'une poudre sèche de granulométrie comprise entre 10 et 100 μm.

La suspension agitée ne présente pas les caractéristiques rhéologiques d'un gel et la technologie de déshydratation employée contourne ainsi l'étape de filtration difficile qu'utilise les autres procédés de l'art antérieur utilisant la voie « sol-gel ».

La poudre obtenue est chargée dans un four à tapis assurant l'étape de calcination entre 380 et 580°C, et évitant la ré-agglomération du produit. Cette étape permet la formation du produit Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, cristallisé sans dégradation de la granulométrie, qui reste comprise entre 10 et 100 μm. Ce produit peut être optionnellement micronisé et/ou mélangé à du noir de carbone.

Par rapport aux autres procédés utilisant un solvant, le procédé selon l'invention permet un fonctionnement moins discontinu. Le temps nécessaire de mise en contact en suspension est plus faible que celui de la formation d'un gel. On évite ainsi l'étape difficile de la filtration d'un gel, et on privilégie au contraire la déshydratation de la suspension par alimentation continue dans un jet de gaz chaud, à l'aide par exemple d'un appareil de la gamme commerciale RINAJET (RIERA NADEU SA) à haut débit massique.

#### Description des figures

5

20

25

30

La figure 1 représente le diagramme de diffraction X du produit final de l'exemple 1. La figure 2 représente le diagramme de diffraction X du produit final de l'exemple 2.

#### Exemples

#### Exemple 1 : LiV<sub>3</sub>O<sub>8</sub> de pureté standard

5 4872 g de MVA ALDRICH de pureté 98,6%(poids sec) et 584 g de LiOH,H<sub>2</sub>O ALDRICH de pureté 99.6% sont mis en suspension dans de l'eau distillée en respectant un ratio de 300 ml de solvant par mole de LiV<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

La dizaine de litres de suspension ainsi produite est maintenue agitée à 50°C pendant 24 heures sous azote. Elle est introduite dans un modèle réduit des appareils de la gamme commerciale RINAJET de la société RIERA NADEU S.A. à 1 l/h avec une température d'entrée de gaz chaud de 280°C.

La poudre déshydratée ainsi obtenue est calcinée en barquette 10 heures à  $400^{\circ}$ C pour donner au final un produit identifié par diffraction X comme du LiV<sub>3</sub>O<sub>8</sub> avec comme impureté V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, dont la raie la plus intense se trouve à  $2\theta = 20,27^{\circ}$ , comme représenté par le diagramme de la figure 1 Cette caractérisation est effectuée à l'aide d'un diffractomètre Siemens D-5000, avec la raie  $K\alpha$  du cuivre, en  $2\theta$  variant de 5 à  $100^{\circ}$  par pas de  $0,02^{\circ}$  et 2 s par pas. Le produit contient, en poids, 2,35% de lithium et 52,2% de vanadium, dont 2,21% de V<sup>+4</sup>.

#### Exemple 2 : Li<sub>1,2</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub> de grande pureté

20

25

10

15

Dans un premier temps, on produit du MVA de haute pureté par un procédé original : 150 kg de VOCl<sub>3</sub> sont extraits de la production courante de la demanderesse. Dans un réacteur agité, ils sont injectés dans une solution NH<sub>4</sub>OH préparée préalablement à partir de 1 m<sup>3</sup> d'eau et 90 kg d'ammoniac. Par maîtrise de la température et du PH, le MVA est précipité, lavé et filtré sur toile pour être finalement déchargé sous forme de pâte humide entre 30 et 50% d'humidité.

Deux batches du procédé ci dessus permettent d'extraire 216 kg de MVA de haute pureté (poids sec), pour un poids humide de 336 kg, dont la composition figure au tableau 1 :

30

Tableau 1

Elément	Cl-	V+4	Fe	Na	Mo	K	Al	Si	Ca	Zn	Mg	Cu	Pb	Ni	Со
Teneur	25	114	6	5	5	3	25	-	7	4	3	3	4	. 4	<10
(ppm)													•		

: :

31 kg de LiOH,H<sub>2</sub>O de la société FMC, dissoute dans de l'eau distillée puis mélangée aux 336 kg de MVA humide, permettent d'obtenir 320 l de suspension. Laissée agitée à 4°C pendant 24 heures, elle est ensuite introduite dans un appareil S1008 de la gamme RINAJET de RIERA NADEU S.A. à 60 l/h avec une température de gaz d'entrée de 350°C.

Sur cet essai, 120 kg de poudre déshydratée, sortant à 80°C, sont récupérés. Quelques dizaines de kg extraits sont calcinés 10 h à 400°C. La granulométrie du produit final, mesurée par granulométrie laser sur un appareil Malvern Instruments, est telle que 90% en volume de poudre sont inférieurs à 15,3  $\mu$ m. Le diagramme de diffraction X, représenté à la figure 2, est celui d'un cristal de Li<sub>1.2</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub> ayant comme impureté LiVO<sub>3</sub>, repérable par son pic de plus haute intensité à  $2\theta = 18,64^{\circ}$ . La caractérisation est réalisée sur un diffractomètre Siemens D-500, avec la raie K $\alpha$  du cuivre, en faisant varier 2 $\theta$  de 10 à 70° par pas de 0,04° à 15 s par pas. La composition du produit obtenu est indiquée au tableau 2 :

Tableau 2

5

Elément	Li	V	Fe	Na	Мо	K	Al	Si	Ca	Zn	Mg	Cu	Pb	Ni	Со	ĺ
Teneur	2.9%	51 %	40	50	30	40	25	<20	45	5	12	15	<1	20	2	
(ppm)								<u> </u>	<u> </u>	<u> </u>	<u></u>			L		

#### Revendications

- Procédé de fabrication d'une poudre cristalline d'oxyde mixte de lithium et vanadium de formule Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, x étant compris entre 0 et 0,2, comportant :
  - la formation d'une suspension aqueuse à partir d'une pâte de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> et de poudre de lithine monohydratée,
  - la déshydratation en continu de cette suspension dans un courant de gaz chaud à une température comprise entre 200 et 600°C pour former une poudre sèche d'un précurseur de granulométrie comprise entre 10 et 100 μm,
  - la calcination de ce précurseur à une température comprise entre 380 et 580 °C en une poudre cristalline de  $Li_{1+x}V_3O_3$
- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la suspension est agitée avant son introduction dans le courant de gaz chaud.

10

- Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la granulométrie du produit final est comprise entre 10 et 100 μm.
- 4) Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la pâte de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> est une pâte de haute pureté préparée par réaction de VOCl<sub>3</sub> avec NH<sub>4</sub>OH.

#### Revendications

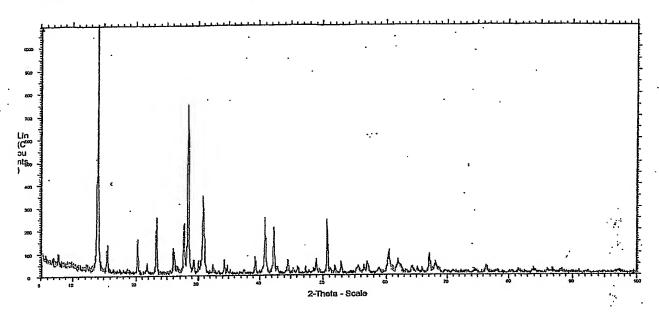
Procédé de fabrication d'une poudre cristalline d'oxyde mixte de lithium et vanadium de formule Li<sub>1+x</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, x étant compris entre 0 et 0,2, comportant :

10

- la formation d'une suspension aqueuse à partir d'une pâte de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> et de poudre de lithine monohydratée,
- la déshydratation en continu de cette suspension dans un courant de gaz chaud à une température comprise entre 200 et  $600^{\circ}$ C pour former une poudre sèche d'un précurseur de granulométrie comprise entre 10 et  $100~\mu m$ ,
- la calcination de ce précurseur à une température comprise entre 380 et 580°C en une poudre cristalline de  $\text{Li}_{1+x}V_3O_8$ .
- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la suspension est agitée avant son introduction dans le courant de gaz chaud.
  - 3) Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la granulométrie du produit final est comprise entre 10 et 100 μm.
  - 4) Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la pâte de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> est une pâte de haute pureté préparée par réaction de VOCl<sub>3</sub> avec NH<sub>4</sub>OH.

Fig. 1

## Diagramme de diffraction $\mathbb X$ de Li $\mathbb V_3 O_8$ exemple 1



9

Fig. 2

5

Diagramme de diffraction X de Li<sub>1.2</sub>V<sub>3</sub>O<sub>8</sub> exemple 2 6000,00 5000,00 4000,00 int (a.u. ) 3000,00 2000,00 1000,00 0,00 25,0 2 theta Cu 30,0 35,0 40,0 15,0 20,0 10,0







#### CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

#### **DÉPARTEMENT DES BREVETS**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 52 04 Téléphone : 01 53 04 52 04 Téléphone DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1../2.. (Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécople : 01 42 93 59 30 Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DB 113 W /260399 Vos références pour ce dossier BR 3506 JCM/NC (facultatif) N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL 07/1/770 TITRE DE L'IMVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCEDE DE FABRICATION DE POUDRE CRISTALLINE D'OXYDE DE LITHIUM ET DE VANADIUM LE(S) DEMANDEUR(S): **PECHINEY** Monsieur Jean-Claude MOUGEOT Immeuble "SIS" 217 Cours Lafayette 69451 LYON CEDEX 06 DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). 4 HARABASZ . 📆 Prénoms Amaud . Rue HLM La Saulcette - POMBLIERE Adresse Code postal et ville 73600 SAINT-MARCEL Société d'appartenance (facultatif) Nom POINTU Prénoms Lionel Rue 31, avenue Saint-Thérèse Adresse Code postal et ville 73200 ALBERVILLE Société d'appartenance (faculiatif) Nom Le MOUELLIC Prénoms Christian 31, rue Basse de la Gare Rue Adresse Code postal et ville 73600 MOUTIERS Société d'appartenance (facultatif) DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) **OU DU MANDATAIRE** (Nom et qualité du signataire) 13 Septembre 2002 Jean-Claude MOUGEOT

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.







## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Gode de la propriété intellectuelle - Livre VI

#### DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08

### DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2../2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

éléphone : 01 53 04 53	04 Télécopie : 01 42 93 59 30		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire	08 113 W /260899				
Vos références po (facultatif)	our ce dossier	BR 3506 JCM	INC					
N° D'ENREGISTR	N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		137-					
TITRE DE L'INVE	NTION (200 caractères ou es	paces maximum)						
PROCEDE DE F	ABRICATION DE POUD	RE CRISTAL	LINE D'OXYDE DE LITHIUM ET DE VANADIUM					
LE(S) DEMANDE	UR(S):							
PECHINEY								
Monsieur Jean-C Immeuble "SIS"	laude MOUGEOT							
217 Cours Lafay								
69451 LYON CI	EDEX 06							
DESIGNE(NT) E	N TANT QU'INVENTEUR	(S) : (Indiquez	en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de tro	is inventeurs,				
utilisez un form	ulaire identique et numéi	otez chaque p	age en indiquant le nombre total de pages).					
Nom		FLACHER						
Prénoms		Pierre						
Adresse	Rue	160, Allée du Clos Rubin						
	Code postal et ville	73260	BELLECOMBE					
Société d'apparte	nance (facultatif)							
Nom								
Prénoms	Y							
Adresse	Rue							
	Code postal et ville							
Société d'apparte	nance (facultatif)							
Nom								
Prénoms								
Adresse	Rue							
	Code postal et ville							
Société d'appartenance (facultatif)								
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) 13 Septembre 2002			gunul -					
Jean-Claude M	OUGEOT		Z.					

La loi nº78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

FR0302685

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

#### BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.